

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

JP 7133167 A

2/19/8

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI

(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

010355644

WPI Acc No: 1995-256958/199534

XRAM Acc No: C95-117245

XRPX Acc No: N95-198244

Jointing oxide ceramics and iron@-nickel@ metal - using braze contg.
silver@, copper@ and vanadium@

Patent Assignee: NIPPON CEMENT KK (NICF)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 7133167	A	19950523	JP 93306975	A	19931102	199534 B

Priority Applications (No Type Date): JP 93306975 A 19931102

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 7133167	A	4	C04B-037/02	

Abstract (Basic): JP 7133167 A

Jointing ~~oxide ceramics~~ and Fe-Ni metal includes incorporating the metal braze with a metal consisting of a silver and copper, and a vanadium active metal.

USE - For oxide jointing alumina or zirconia ceramics and kovar or 42 alloy.

Dwg.0/0

Title Terms: JOINT; OXIDE; CERAMIC; IRON; NICKEL; METAL; BRAZE; CONTAIN;
SILVER; COPPER; VANADIUM

Derwent Class: L02; M23; P55

International Patent Class (Main): C04B-037/02

International Patent Class (Additional): B23K-035/30

File Segment: CPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): L02-G; L02-J01C; M23-A01

Derwent Registry Numbers: 1521-U; 1544-U

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-133167

(43) 公開日 平成7年(1995)5月23日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 37/02		B		
B 2 3 K 35/30	3 1 0	B		

審査請求 未請求 請求項の数 3 書面 (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平5-306975	(71) 出願人	000004190 日本セメント株式会社 東京都千代田区大手町1丁目6番1号
(22) 出願日	平成5年(1993)11月2日	(72) 発明者	石田 陽一 東京都北区浮間1-3-1
		(72) 発明者	南 信之 東京都北区浮間1-3-1
		(72) 発明者	高橋 繁 埼玉県志木市柏町6-25-27

(54) 【発明の名称】 酸化物セラミックスとFe-Ni系金属との接合方法

(57) 【要約】

【目的】 接合した後も接合部の金属ロウが脆化し難く、接合体の接合強度の低下も小さい酸化物セラミックスとFe-Ni系金属との接合方法を提供すること。

【構成】 酸化物セラミックスとFe-Ni系金属とを接合する金属ロウとして、銀と銅から成る金属に活性金属であるバナジウムを含む金属ロウとし、また、含まれるバナジウムの量が、0.5~4.0wt%あることとし、さらに、金属ロウ中のバナジウム全量を、箔と成してロウの中間に挟み、その箔を挟んだ金属ロウをセラミックスと金属との間に介して加熱処理してセラミックスと金属とをロウ付けすることとした接合方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 セラミックスと金属とを金属ロウを用いてロウ付けすることにより接合する方法において、前記金属ロウとして、銀と銅から成る金属に活性金属であるバナジウムを含む金属ロウとすることを特徴とする酸化物セラミックスとFe-Ni系金属との接合方法。

【請求項2】 金属ロウに含まれるバナジウムの量が、0.5～4.0wt%であることを特徴とする請求項1記載の酸化物セラミックスとFe-Ni系金属との接合方法。

【請求項3】 金属ロウに含まれるバナジウム全量を、箔と成してロウの中間に挟み、その箔を挟んだ金属ロウをセラミックスと金属との間に介して加熱処理してロウ付けすることを特徴とする請求項1又は2記載の酸化物セラミックスとFe-Ni系金属との接合方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、セラミックスと金属との接合方法に関し、特に酸化物セラミックスとFe-Ni系金属との接合方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、アルミナやジルコニアなどの酸化物セラミックスとコパールや42アロイなどのFe-Ni系金属とを接合する方法としては、次のような方法がある。

【0003】例えば、高融点金属であるMo-MnやNi-Wなどから成る金属を1500℃程度の高温でセラミックス表面に焼き付け、その焼き付けた面上にAg-CuやAu-Niなどの金属ロウを介して金属と接合する方法が採られている。しかしこの方法では、製造に高温を要するため、生産効率が悪く、歩留りを悪くしたり、製造原価を高くしたりなどの問題があった。

【0004】また、従来より使用されている銀と銅との共晶組成から成るロウ中に、活性金属であるチタンを含んだ金属ロウを使用して、800℃前後の温度でセラミックスと金属とをロウ付けする方法も採られている。しかしこの方法では、非酸化物セラミックスに対しては実用に耐える接合強度を持つ接合体が得られるが、酸化物セラミックスに対しては金属ロウの濡れ性が悪いため接合強度が劣り、実用に耐える接合体を得るのは難しいという問題があった。

【0005】そこで、本発明者等は、銀と銅から成るロウ中に、チタンを含んだ金属ロウを使用して接合する方法を研究した結果、本発明以前に、日本工業規格Z3261号で定められているロウの内、種類がBAg-8である72Ag-28Cu(wt%)から成るロウを使って、Ti、Zr、Hfなどの活性金属をロウ中の含有量が4～8wt%となる量を箔と成し、その箔をロウの中間に挟んで800℃前後の温度でロウ付けする方法を開発した。(特願平4-255458、特願平4-303

022、特願平4-341650)これは、従来の方法に比べて、活性金属の含有量を多くし、かつ活性金属を箔という形で含有して接合強度を高めたものである。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、この方法では、高融点金属であるMo-MnやNi-Wなどから成る金属をセラミックス表面に焼き付け、その焼き付けた面上に金属のロウを介して接合する方法に比べて高い接合強度は得られるが、ロウに含まれる活性金属の量が多いため、時間が経つにつれて接合した金属ロウが脆化し硬くなって脆くなり、接合強度の低下が大きくなってしまいう問題があった。そのため、ロウに含まれる活性金属の含有量を少なくする必要がある。

【0007】本発明は、上述した従来技術が有する課題に鑑みなされたものであって、その目的は、接合した後も接合部の金属ロウが脆化し難く、接合体の接合強度の低下も小さい酸化物セラミックスとFe-Ni系金属との接合方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記目的を達成するため鋭意研究した結果、酸化物セラミックスとFe-Ni系金属とを接合する金属ロウとして、銀と銅から成る金属に活性金属であるバナジウム(V)を含む物を金属ロウとして用いれば目的を達成することができるとの知見を得て、本発明を完成した。

【0009】上記金属ロウに含まれるバナジウムの量としては、0.5～4.0wt%であることとした。バナジウムの量を大幅に少なくすることができたのは、VがTi、Zr、Hfなどの活性金属に比べ活性力が強いいため、少量でロウをセラミックスに十分濡れさせることができるためである。

【0010】このVの量を少なくすることによって、接合部の金属ロウが接合した後も脆化し難くなるので、時間が経っても接合強度の低下が小さくなる。しかし、Vの量が0.5wt%に満たないとセラミックスに対する濡れの効果が現れず、また、4wt%を超えるとロウが脆くなり、接合強度の低下が大きくなってしまふ。

【0011】また、金属ロウ中のバナジウムとしては、その全量を箔の形で成し、その箔を金属ロウの中間に挟んで3層構造とし、その3層構造のロウをセラミックスと金属との間に介して加熱処理してセラミックスと金属とをロウ付けすることとした。

【0012】このバナジウムを箔で含むのは、次の理由による。バナジウムを3層構造でなく銀及び銅との合金で含むと、ロウがセラミックスに濡れ難いため、セラミックスと充分反応する前に合金(ロウ)が反応性の良い金属側に流れ取られ、セラミックスと強固な接合が得られない。これを防ぐために、バナジウム全量を、堰止める働きをする箔という形で金属ロウの中間に挟んだのである。これにより、ロウがV箔によって金属側に流れ取

3

られるのを防ぐため、セラミックスと反応する時間を充分与え、それと同時にロウ中にV箔のバナジウムが溶け込んでセラミックスに濡れ易くなってセラミックスと強固な接合を得ることができる。

【0013】以上の方法を探ることにより、接合した後も接合部の金属ロウが脆化し難くなり、強固な接合を維持できる酸化セラミックスとFe-Ni系金属との接合体が得られる。

【0014】

【実施例】以下、本発明の実施例を比較例と共に挙げ、10 本発明をより詳細に説明する。

【0015】（実施例1～8）セラミックスとして縦3mm、横4mmの大きさで、厚さ20mmのアルミナセラミックスまたはジルコニアセラミックス〔何れも（株）日本セラミック社製〕を用い、金属として縦3mm、横4mmの大きさで、厚さ20mmのコパールまたは42アロイ〔何れも住友特殊金属（株）社製〕を用いた。これらセラミックスと金属との接合には、組成が72Ag-28Cu（wt%）である金属ロウの中間に、

4

含有量が金属ロウ中の0.5～4.0wt%となるように厚みを調整した活性金属のV箔を挟んで加熱処理することにより接合した。なお、この時のセラミックスと金属との間の金属ロウの厚さは、100μmとした。

【0016】加熱処理する接合条件は、 10^{-5} Torr以下の真空中で850℃の温度で15分間加熱することとし、その条件で接合した。得られた接合体を冷却した後直ぐに、接合強度を室温（22℃）で日本工業規格R1601号に基づく4点曲げ試験法で求めた。また、接合後さらに300℃に保った中で1ヶ月間経過させた後の接合強度も求めた。それらの結果を表1に示す。

【0017】（比較例1～2）なお、比較のため、実施例と同一の材料を用い、表1に示すV含有量の金属ロウを使用して接合した。得られた接合体に対して、同じく実施例と同様に接合強度を求めた。その結果を表1に示す。

【0018】

【表1】

		セラミックス の種類	金 属 の種類	活性金属	接 合 強 度		備 考
				V 含有量 w t %	接 合 直 後 MPa	接 合 1 ヶ 月 後 MPa	
実 施 例	1	アルミナ	コハール	0.5	98	92	規定範囲内
	2	アルミナ	コハール	4.0	95	89	規定範囲内
	3	アルミナ	427ロイ	0.5	96	90	規定範囲内
	4	アルミナ	427ロイ	4.0	95	87	規定範囲内
	5	シリコン	コハール	0.5	94	88	規定範囲内
	6	シリコン	コハール	4.0	92	86	規定範囲内
	7	シリコン	427ロイ	0.5	95	89	規定範囲内
	8	シリコン	427ロイ	4.0	92	87	規定範囲内
比 較 例	1	アルミナ	コハール	0	6	7	規定範囲外
	2	アルミナ	コハール	5.0	64	39	規定範囲外
	3	アルミナ	コハール	6.0	34	26	規定範囲外

【0019】表1から明らかなように、実施例1～8においては、接合直後、いずれも実用強度（50MPa）を満たす接合体が得られた。また、1ヶ月経過した後も300℃で加熱しているにも関わらず、接合強度の低下は少なく、実用強度を十分に維持していた。これに対して比較例では、活性金属であるVが規定範囲外にあるので、接合直後の強度が実用強度を満たさなかったり（比較例1、3）、接合直後は実用強度は満たしているものの、1ヶ月経過後には接合強度が大きく低下し、実用強度を満たさなかったりしている（比較例2）。

【0020】

【発明の効果】以上、説明した本発明にかかる酸化物セラミックスとFe-Ni系金属との接合方法によれば、接合に使う金属ロウとして、銀と銅から成る金属に活性金属であるバナジウムを含む金属ロウとしたことにより、含まれるバナジウムの量を大幅に少なくすることができ、その結果、接合部の金属ロウが時間が経っても脆化し難く、接合強度も低下の少ない、より高い接合強度を維持できる接合体が得られる。